

## PROCEDE DE PRODUCTION D'UNE MATIERE GRANULEE ET PRODUIT OBTENU

La présente invention se rapporte aux procédés de production d'une matière granulée s'écoulant librement et aux produits obtenus et, plus particulièrement, à des procédés de production permettant de valoriser les boues issues du traitement biologique des eaux résiduaires urbaines et industrielles.

Le traitement biologique des eaux résiduaires, urbaines et industrielles engendrent de grandes quantités de boue que l'on a mis pendant longtemps à l'épandage et qui, comme celui-ci est maintenant interdit, sont mises à la décharge.

L'invention vise à transformer ces boues en un produit de valeur pouvant être utilisé notamment comme substrat de culture.

Le procédé suivant l'invention de production d'une matière granulée s'écoulant librement est caractérisé en ce que l'on passe au crible de la ponce pour obtenir de la ponce à une dimension supérieure à 500 microns et inférieure à 15 mm. On met la ponce passée au crible en contact avec au moins 20 % de son poids d'eau et on agite, puis on sépare de la ponce épurée de l'eau et on la sèche. On mélange une partie en poids de boue issue du traitement biologique d'eaux résiduaires urbaines ou industrielles à 0,5 à 0,9 partie en poids de ponce séchée jusqu'à obtention de granulés.

Grâce à la présence de la ponce à pores ouverts et comme le montre la composition analytique des boues traitées et les résultats de tests de cinétique de minéralisation et les essais en vase de végétation, les boues sont stabilisées, la plus grande partie de l'azote organique des boues est immobilisée provisoirement et en conséquence les dangers de lixiviation des formes solubles de l'azote (notamment forme ammoniacale) sont beaucoup limités. Les effets obtenus se rapprochent de ceux procurés par le compostage des boues, mais le traitement suivant l'invention s'effectue immédiatement alors que le compostage demande plusieurs mois. La minéralisation ralentie de l'azote réduit certes la valeur fertilisante des boues ainsi traitées. Mais en contrepartie, les propriétés physiques des boues ont pour effet une amélioration sensible de la capacité de rétention en eau et de la structure physique du sol dans lequel elles sont incorporées. La ponce suivant l'invention est en mesure d'absorber environ de 40 à 60 litres d'eau

par m<sup>3</sup> de l'ensemble de la ponce et de la boue. Elle peut donc retenir directement de la boue ayant de 75 à 90% en volume d'eau. Il n'est plus nécessaire de traiter thermiquement la boue ou il suffit de la concentrer bien moins, alors que le produit du DE-A-15 62 44, dans lequel on n'enlève pas le basalte et les fines par lavage, ne peut, suivant des essais effectués par les demandeurs, absorber que 290 litres d'eau par m<sup>3</sup>. De même, l'expérience effectuée avec de la boue à 13% de produit sec et de la fine de ponce entre 100 et 500 microns permet de constater une agglomération type mortier sec préjudiciable voire rendant impossible la granulation souhaitée.

Le premier stade du procédé suivant l'invention consiste à passer au crible de la ponce pour retenir des grains d'une dimension supérieure à 500 microns et inférieure ou égale à 15 mm.

Le deuxième stade du procédé suivant l'invention consiste à mettre la ponce en présence d'eau. On met la ponce en présence d'au moins 20 % en poids d'eau et on agite. Ce stade a essentiellement pour but de débarrasser la ponce des fines, du basalte, de la magnétite et des cendres volcaniques qui en encombrant les pores. Un procédé particulièrement préféré pour effectuer ce lavage avec séparation des substances indésirables consiste à projeter des jets d'eau à travers un tamis sur lequel est déposée la ponce. Les jets soulèvent les grains de ponce, pénètrent dans les pores, les débarrassent des impuretés qui retombent et passent à travers le tamis ce qui assure la séparation de la ponce épurée. On sèche ensuite cette ponce dans un séchoir, par exemple dans un séchoir à courant d'air chaud, par exemple entre 200 et 250° C, jusqu'à ce que la teneur en eau de la ponce soit inférieure ou égale à 10 % en poids.

Le stade suivant du procédé consiste à mélanger la ponce séchée à des boues issues du traitement biologique d'eaux résiduaires urbaines ou industrielles jusqu'à obtention de granulés.

Par traitement biologique, on entend l'un des traitements suivants :

Les techniques les plus développées au niveau des stations d'épuration urbaines et industrielles sont des procédés biologiques intensifs. Le principe de ces procédés est de localiser sur des surfaces réduites et d'intensifier les phénomènes de transformation et de destruction des matières organiques que l'on peut observer dans le milieu naturel.

Trois grands types de procédés sont utilisés :

- les lits bactériens et disques biologiques,

- les boues activées,
- les techniques de biofiltration ou filtration biologique accélérée.

#### Lit bactérien

Le principe de fonctionnement d'un lit bactérien consiste à faire ruisseler les eaux usées, préalablement décantées sur une masse de matériaux poreux ou caverneux qui sert de support aux micro-organismes (bactéries) épurateurs. Une aération est pratiquée soit par tirage naturel soit par ventilation forcée. Il s'agit d'apporter l'oxygène nécessaire au maintien des bactéries aérobies en bon état de fonctionnement. Les matières polluantes contenues dans l'eau et l'oxygène diffusent, à contre-courant, à travers le film biologique jusqu'aux micro-organismes assimilateurs. Le film biologique comporte des bactéries aérobies à la surface et des bactéries aérobies près du fond. Les sous-produits et le gaz carbonique produits par l'épuration s'évacuent dans les fluides liquides et gazeux.

#### Disques biologiques

Une autre technique faisant appel aux cultures fixées est constituée par les disques biologiques tournants. Les micro-organismes se développent dessus et forment un film biologique épurateur à la surface des disques. Les disques étant semi-immergés, leur rotation lente permet l'oxygénation de la biomasse fixée.

D'autres procédés à culture fixée tels que les bio-filtres sont également utilisés.

#### Boues activées

Le procédé "boues activées" consiste à mélanger des eaux usées brutes avec des boues activées liquides, bactériologiquement très actives. La dégradation aérobie de la pollution s'effectue par mélange intime des micro-organisme épurateurs et de l'effluent à traiter. Ensuite, les phases "eaux épurées" et "boues dépuratrices" sont séparées.

Les trois procédés produisent des boues qui doivent être évacuées. Ce sont celles-ci qui sont utilisées dans le procédé.

Le mélange des boues issues du traitement biologique d'eaux résiduaires urbaines ou industrielles et de la ponce peut s'effectuer par tout mélangeur habituel notamment par un mélangeur à ruban, par un mélangeur à couteau, à hélice, à vis inversée, etc... On a obtenu de bons résultats avec une durée de mélange aussi petite que 2 minutes.

Suivant un perfectionnement, on mélange en même temps que la ponce et les boues de l'argile, à raison de 5 à 12 % en poids du mélange total. Cela permet de supprimer les mauvaises odeurs, notamment lorsque les argiles sont à forte capacité d'échange cationique.

On préfère aussi utiliser un rétenteur d'eau, notamment du polysilicate de potassium, à raison de moins de 1 % en poids de manière à retenir encore mieux l'eau à l'intérieur des pores des grains.

On obtient ainsi une matière en grains dont la plus grande dimension va de 0,1 à 15 mm, s'écoulant librement que l'on peut mettre en fût ou en sac à la sortie du mélangeur et livrée et manipulée facilement d'autant plus qu'elle est inodore.

Cette matière en grains s'écoulant librement à une teneur en eau de 45 à 60 %, une teneur en Si exprimée en  $\text{SiO}_2$  de 22 à 25 %, une teneur en Al exprimée en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 6 à 9 %, une teneur en carbone de 4 à 5 % et une teneur en matières organiques telles que déterminées par la perte au feu de 1 à 3 %. D'autres impuretés ou éléments secondaires sous forme de traces telles que du phosphore, du potassium, du magnésium, du calcium peuvent être aussi présents.

Les caractéristiques agronomiques de la matière en grains, suivant l'invention permettent son emploi comme amendement organique dans divers types d'usages agricoles (cultures pérennes, ou grandes cultures) ou paysagers (aménagement de sites). Dans des terres sensibles à la sécheresse, la matière suivant l'invention améliore l'implantation des cultures. Son utilisation en tant que constituant d'un support de culture hors sol (substrat de cultures et conteneurs en pépinières ornementales, par exemple) donnent aussi de bons résultats.

L'exemple suivant illustre l'invention.

On prend un mètre cube de boues issues d'une station de traitement biologique des eaux résiduaires urbaines, soit environ 1 tonne. La composition de cette boue :

	Pourcentage (en g/100 g de boue brute)	Méthode d'analyse
Eau	89,3	Séchage par dessiccateur
Matière sèche	10,7	NFU 44 171
Matière organique	7,9	NFU 44 160
Carbone	3,9	NFU 44 160
Azote total	0,75	Analyseur élémentaire
N/NO <sub>3</sub>	0,0001	Distillation directe
N/NH <sub>4</sub>	0,12	Méthode GRIESS
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,07	Eau régale dosage ICP
K <sub>2</sub> O	0,012	Eau régale
MgO	0,009	Eau dosage ICP
CaO	0,0075	Eau régale dosage ICP
Cl des chlorures	0,01	Dir 87/94 CEE 6

On prend de la ponce criblée (0,5 + à 15 mm), traitée, épurée et séchée. La ponce a été d'abord lavée par des jets d'eau pour séparer les fines, la magnétite et les cendres volcaniques qui sont présentes dans les alvéoles. Le séchage a été fait à l'air chaud dans un four tournant alimenté par un brûleur à gaz de façon à sécher la ponce à 90 % de sa teneur en eau.

Cette ponce est composée de :

Si (comme SiO<sub>2</sub>) : 70 %

Al (comme Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) : 13 %

Ti, Fe, Mg, Ca, Na, K<sub>2</sub>O, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, CaO, SO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O : 17 %.

On mélange le mètre cube de boue avec 700 kg de ponce et d'argiles ayant un fort pouvoir CEC (capacité d'échange cationique) plus un kg d'hydrorétenteur d'eau.

Le mélange est fait dans un mélangeur à rubans, d'une capacité de 3 000 litres et il dure deux minutes.

Le produit à la sortie est composé de grains encore humides, mais s'écoulant librement et facilement mis en sacs ou conteneurs.

Du mètre cube de boues ayant une siccité de 11 % (plus ou moins liquide) au départ, on arrive à un substrat en grains pour un volume d'un 1 m<sup>3</sup> 200.

La composition de ce substrat en grains de granulométrie de 0,5 + à 15 mm est la suivante :

	Pourcentage (en g/100 g de substrat)	Méthode d'analyse
Eau	54	Séchage – dessiccateur
Si en SiO <sub>2</sub>	41,20	Rayons X
Matière organique	3,0	NFU 44 160
Carbone	1,48	NFU 44 160
Al en Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,3	Rayons X
Azote total	0,03	Analyseur élémentaire
N/NHO <sub>3</sub>	0,0024	Distillation directe
N/NH <sub>4</sub>	<0,004	Méthode de GRIESS
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	<0,008	Eau régale dosage ICP
K <sub>2</sub> O	0,058	Eau régale
MgO	0,16	Eau régale dosage ICP
CaO	0,64	Eau régale dosage ICP
Cl des chlorures	<0,015	Dir 87/94 CEE 6

NFU signifie norme française d'utilisation.

ICP signifie dosage au spectromètre de masse.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de production d'une matière granulée s'écoulant librement, caractérisé en ce que l'on passe au crible de la ponce pour obtenir de la ponce ayant une dimension supérieure à 500 microns et inférieure ou égal à 15 mm, on met la ponce en présence d'eau tout en agitant, on sépare la ponce de l'eau et on la sèche pour obtenir de la ponce séchée, puis on mélange une partie en poids de boue issue du traitement biologique d'eaux résiduaires urbaines ou industrielles à 0,5 à 0,9 partie en poids de ponce séchée jusqu'à obtention de granulés.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on ajoute au malaxage de 5 à 12 % en poids d'argile par rapport au mélange total.

3. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on ajoute au malaxage jusqu'à 1 % en poids de rétenteur d'eau.

4. Procédé suivant la revendication 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que l'on met la ponce en présence d'eau en projetant des jets d'eau à travers un tamis sur lequel est déposé la ponce.

5. Matière en grains, s'écoulant librement, et dont la plus grande dimension est comprise entre plus de 0,5 et 15 mm, caractérisée en ce qu'elle répond à l'analyse élémentaire suivante :

H<sub>2</sub>O : 45 à 60 % en poids,

Si exprimé en SiO<sub>2</sub> : 22 à 25 % en poids,

Al exprimé en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 6 à 9 % en poids;

C : 4 à 5 % en poids,

Matières organiques (perte au feu) : 1 à 3 % en poids.

6. L'utilisation de la matière suivant la revendication 5, comme substrat de culture.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR2004/002633

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C05F7/00 C02F11/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C05F C02F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 156 244 A (DARMSTADT STADT) 2 October 1985 (1985-10-02) claims 1,3,4,8	1-6
A	EP 0 564 857 A (MAYKO ENTSORGUNGSBETRIEBE GMBH) 13 October 1993 (1993-10-13) claims 1,2,4; examples 1,2	1-6
A	EP 0 560 423 A (PELT & HOOYKAAS) 15 September 1993 (1993-09-15) claims 1-4,7-9; example 3	1-6
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 0162, no. 28 (C-0944), 27 May 1992 (1992-05-27) & JP 04 045899 A (MIZUSHIYORI KAIHATSU KK), 14 February 1992 (1992-02-14) abstract -/-	1-6

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the International filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the International search

9 March 2005

Date of mailing of the International search report

21/03/2005

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Gruber, M

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR2004/002633

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	<p>-&amp; DATABASE WPI Section Ch, Week 199213 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D15, AN 1992-102025 XP002285474 &amp; JP 04 045899 A (MIZUSYORI KAIHATSU) 14 February 1992 (1992-02-14) abstract</p> <p>-----</p>	

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR2004/002633

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0156244	A	02-10-1985	DE 3409274 C1 AT 43567 T AU 4111085 A DE 3570645 D1 WO 8504166 A1 EP 0156244 A1	28-02-1985 15-06-1989 11-10-1985 06-07-1989 26-09-1985 02-10-1985
EP 0564857	A	13-10-1993	DE 4211185 A1 EP 0564857 A1	07-10-1993 13-10-1993
EP 0560423	A	15-09-1993	NL 9200430 A CA 2090666 A1 EP 0560423 A1 US 5304706 A	01-10-1993 10-09-1993 15-09-1993 19-04-1994
JP 04045899	A	14-02-1992	NONE	
JP 4045899	A	14-02-1992	NONE	

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR2004/002633

**A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE**  
CIB 7 C05F7/00 C02F11/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

**B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE**

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C05F C02F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS**

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 156 244 A (DARMSTADT STADT) 2 octobre 1985 (1985-10-02) revendications 1,3,4,8	1-6
A	EP 0 564 857 A (MAYKO ENTSORGUNGSBETRIEBE GMBH) 13 octobre 1993 (1993-10-13) revendications 1,2,4; exemples 1,2	1-6
A	EP 0 560 423 A (PELT & HOOYKAAS) 15 septembre 1993 (1993-09-15) revendications 1-4,7-9; exemple 3	1-6
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 0162, no. 28 (C-0944), 27 mai 1992 (1992-05-27) & JP 04 045899 A (MIZUSHIYORI KAIHATSU KK), 14 février 1992 (1992-02-14) abrégé	1-6
	-/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 mars 2005

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

21/03/2005

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Gruber, M

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR2004/002633

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
	<p>-&amp; DATABASE WPI  Section Ch, Week 199213  Derwent Publications Ltd., London, GB;  Class D15, AN 1992-102025  XP002285474  &amp; JP 04 045899 A (MIZUSYORI KAIHATSU)  14 février 1992 (1992-02-14)  abrégé</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No

PCT/FR2004/002633

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0156244	A	02-10-1985	DE 3409274 C1 AT 43567 T AU 4111085 A DE 3570645 D1 WO 8504166 A1 EP 0156244 A1	28-02-1985 15-06-1989 11-10-1985 06-07-1989 26-09-1985 02-10-1985
EP 0564857	A	13-10-1993	DE 4211185 A1 EP 0564857 A1	07-10-1993 13-10-1993
EP 0560423	A	15-09-1993	NL 9200430 A CA 2090666 A1 EP 0560423 A1 US 5304706 A	01-10-1993 10-09-1993 15-09-1993 19-04-1994
JP 04045899	A	14-02-1992	AUCUN	
JP 4045899	A	14-02-1992	AUCUN	